

51

Int. Cl. 2:

G 01 N 13/00

19

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

G 01 N 21/24

G 01 N 21/24

Rec/CT/PTO

25 APR 2005

DEUTSCHES



PATENTAMT

DT 25 51 260 A 1

Bezugsneigung

11

Offenlegungsschrift

25 51 260

21

Aktenzeichen:

P 25 51 260.1

22

Anmeldetag:

14. 11. 75

43

Offenlegungstag:

18. 5. 77

30

Unionspriorität:

32 33 31

54

Bezeichnung:

Verfahren und Vorrichtung zur Prüfung der Schaumstabilität

71

Anmelder:

Wacker-Chemie GmbH, 8000 München

72

Erfinder:

Esterbauer, Josef; Huber, Heinz; Innertsberger, Ernst, Dipl.-Ing.;
8263 Burghausen; Schmidlkofer, Jakob;
Solbrig, Christian, Dipl.-Phys. Dr.; 8261 Mehring

Best Available Copy

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Prüfung der Schaumstabilität, d a d u r c h
g e k e n n z e i c h n e t, daß in einem durchsichtigen
Prüfbecher mit einem drehzahlstabilisierten Rührer eine Flüs-
sigkeit durch Einrühren von Gas verschäumt wird und anschlie-
ßend die zeitliche Veränderung des Schaumniveaus durch Licht-
schranken abgetastet und registriert wird.
2. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß die Vor-
richtung aus einem drehzahlstabilisierten, oben geschlossenen
Ankerdoppelrührer (3), einem Prüfbecher (1) und mindestens
zwei dazu untereinander angeordneten Lichtschranken (5), die
mit einem Registriergerät verbunden sind, besteht.

Wa 7521

Verfahren und Vorrichtung zur Prüfung der Schaumstabilität

Beachtliches Interesse wird in der angewandten Forschung dem Problem der Stabilisierung bzw. Destabilisierung von Schäumen entgegengebracht.

Die Entwicklungsarbeiten zur Erzeugung von Schäumen durch die Verwendung von Tensiden sowie die gezielte Schaumbekämpfung durch Entschäumer setzen eine objektive Beurteilung der schäumerzeugenden bzw. schaubekämpfenden Maßnahmen voraus.

Bisher übliche Beurteilungsmethoden sind beispielsweise der Durchblase-test, bei dem die Schaumentwicklung beurteilt wird, die beim Durchblasen von Gas durch eine Tensidlösung entsteht, der Lochscheiben-Prüftest, bei dem mittels einer gelochten Scheibe Gas in eine Tensidlösung gestampft wird. Beim Auslauftest fließt eine Tensidlösung aus bestimmter Höhe unter Schaumbildung in eine Vorlage. Nachteilig bei all diesen Verfahren ist die ungenaue Reproduzierbarkeit sowie die subjektive Registrierung der Meßergebnisse durch den Beobachter.

Aufgabe der Erfindung war es, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Prüfung der Schaumstabilität zu finden, das unter realistischen Bedingungen das Problem der subjektiven Beurteilung von Schaumstabilisierung und Schaumbrechung beseitigt und möglichst reproduzierbare Meßergebnisse liefert.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Prüfung der Schaumstabilität, dadurch gekennzeichnet, daß in einem durchsichtigen Prüfbecher mit einem drehzahlstabilisierten Rührer eine Flüssigkeit durch Einrühren von Gas verschäumt wird und anschließend die zeitliche Veränderung des Schaumniveaus durch Lichtschranken abgetastet und registriert wird.

Durch dieses Verfahren wird es möglich, sowohl die Stabilität von Schäumen als auch die Wirkung von Entschäumern, die in der Schaumhöhe als Funktion der abgelaufenen Zeit nach der Verschäumung sichtbar ist, objektiv zu messen und zu beurteilen.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung aus einem drehzahlstabilisierten, oben geschlossenen Ankerdoppelrührer, einem Prüfbecher und mindestens zwei dazu untereinander angeordneten Lichtschranken, die mit einem Registriergerät verbunden sind, besteht.

Als durchsichtiger Prüfbecher eignet sich jedes durchsichtige Gefäß aus Glas oder Kunststoff, das aus Gründen der Registriergenauigkeit ein Mindestvolumen und eine Mindesthöhe haben sollte. Die Dimensionen des Prüfbeckers müssen selbstverständlich auch auf die Größe des schäumerzeugenden Rührers und auf ein durchschnittlich zu erwartendes Schaumvolumen abgestimmt sein.

Als brauchbare Prüfbecher haben sich beispielsweise zylindrische Glasgefäße mit einem Volumen zwischen 500 und 1000 cm bei einer Höhe zwischen 8 und 15 cm erwiesen, die aus Borsäure haltigen Silicatgläsern bestehen. Das durchschnittlich zu erwartende Schaumvolumen kann im Verhältnis zum Flüssigkeitsvolumen der zu verschäumenden Ausgangsflüssigkeit mit 3 - 8 : 1 angegeben werden, wobei die endgültige, zu erreichende Schaumhöhe durch die Höhe des Rührwerks mitbestimmt wird.

Als Rührer eignet sich jeder beliebige Schaufel-, Anker-, Einfach- oder Mehrfachturbinenrührer, der von einem drehzahlstabilisierten Antriebsmotor in rotierende Bewegung versetzt wird.

Als bevorzugte Ausführungsform des Rührwerks hat sich eine Kombination von zwei gegenläufigen Rührern erwiesen, insbesondere jene der Form oben geschlossener Ankerrührer mit mehreren Armen. Der Rührer muß zu Beginn des Verschäumungsprozesses durch Einrühren von Gas mindestens in die zu verschäumende Flüssigkeit teilweise eintauchen. Durch eine drehzahlstabilisierte Anwendung des Rührwerkes auf die zu verschäumende Flüssigkeit bei Drehzahlen zwischen 500 bis 1400 U/min wird die erreichbare Schaumhöhe auf ein Niveau begrenzt, das geringfügig oberhalb des

4

oberen Endes des Rührwerkes liegt. Ein Weitertrühren in diesem Zustand bewirkt nicht mehr wie in der Anfangsphase des Rührens ein hauptsächliches Einschlagen von Luft in die Flüssigkeit, vielmehr wird bei fortwährendem Rühren lediglich eine Verfeinerung und Verfestigung des in der ersten Rührphase erreichten Schaumvolumens erreicht. Als Rührzeitraum für die erste und zweite Verschäumungsphase bei den angegebenen Rührerdrehzahlen hat sich ein Bereich zwischen 0,6 bis 2,5 min, vorzugsweise 1 bis 1,5 min, ergeben.

Überraschenderweise hat sich bei Anwendung dieses Verschäumungsverfahrens ergeben, daß sich ein horizontales Schaumniveau etwa 0,5 bis 3 cm oberhalb des oberen Endes des Rührwerkes ausbildet, das auch bei der ursprünglichen Verwendung von Entschäumern in der Ausgangsflüssigkeit nur geringe Einbrüche im Schaumniveau zeigt, die nur von untergeordneter Bedeutung für das Schaumprüfverfahren sind. Insbesondere sind diese Einbrüche, wenn überhaupt, nicht an den Rändern des Prüfbeckers zu beobachten, sondern treten statistisch im oberen Bereich des Schaumniveaus auf. Darin ist ein wesentlicher Vorteil gegenüber herkömmlichen Verfahren zu sehen, wodurch auch die problemlose Untersuchung der Wirkung von Entschäumern in Dispersionsform möglich wird. Nach Abstellen des Rührwerkes wird vermittle mehrerer Lichtschranken, die in beliebiger, vorzugsweise regelmäßiger Staffelung untereinander bzw. versetzt zueinander längs der Außenwand des Prüfbeckers so angeordnet sind, daß auf einer Seite jeweils die Lichtquelle und auf der anderen Seite das Sensorteil der Lichtschranke zueinander in horizontaler Lage zu liegen kommen. Als Lichtquelle für den dazu abgestimmten Sensorteil kommt Licht sowohl im sichtbaren wie im unsichtbaren Spektralbereich elektromagnetischer Strahlung in Frage, unter der Voraussetzung, daß dieses Licht zumindest teilweise vom Schaum absorbiert bzw. gestreut wird.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erzeugten Schäume zeigen gegenüber denen nach herkömmlichen Verschäumungsmethoden hergestellten weiterhin das besondere Verhalten, daß das Schaumniveau im Prüfbecher im wesentlichen als ebenes Niveau absinkt und nicht durch größere Einbrüche gestört wird. Ebenso hat sich gezeigt, daß im Gegensatz zu bisherigen Prüfverfahren das Problem des Restschaumes und der Restschaumbewertung eben durch die Ausbildung eines praktisch ebenen Restschaumniveaus ohne Flocken und Schaumberge ausgeschaltet wird.

709820/0893

Die Registrierung der zeitlichen Abfolge der Freigabe der Beobachtungslichtschranken kann in herkömmlicher Weise durch einen x,y-Schreiber vorgenommen werden.

Folgendes Beispiel soll das erfindungsgemäße Verfahren veranschaulichen:

Beispiel

In ein 800 ml-Becherglas aus Borsilikatglas (Fig. 1, 1) von 9,5 cm Durchmesser und 13 cm Höhe wird eine Lösung von 8 g Mersolat in 200 ml Wasser (2) gegeben und mit 0,1 ml einer Entschäumerdispersion, bestehend aus einer Polysiloxanemulsion in Wasser mit ca. 20 % Wirksubstanz, gegeben. Die Lösung wurde mit einem Doppelrührer (3) bei einer konstanten Drehzahl von 1000 U/min eine Minute lang verquirlt. Dabei entsteht ein Schaumniveau, das bis 1,5 cm oberhalb des oberen Endes des Rührers reicht (4). Insgesamt 4 Lichtschranken (5) sind im Abstand von 1,5 cm übereinander entlang der Außenwand des Prüfbeckers angebracht. Der oberste Lichtschrankenschaltpunkt liegt 0,5 cm unterhalb des Schaumniveaus. Die Lichtschranken werden während der Zerfallsperiode des Schaums nacheinander freigegeben, wobei eine Registrierkurve entsprechend Abbildung 1 erhalten wird. Eine Wiederholung des Versuchs ergab eine Kurve mit nur geringfügigen Abweichungen.

709820/0893

6
Leerseite

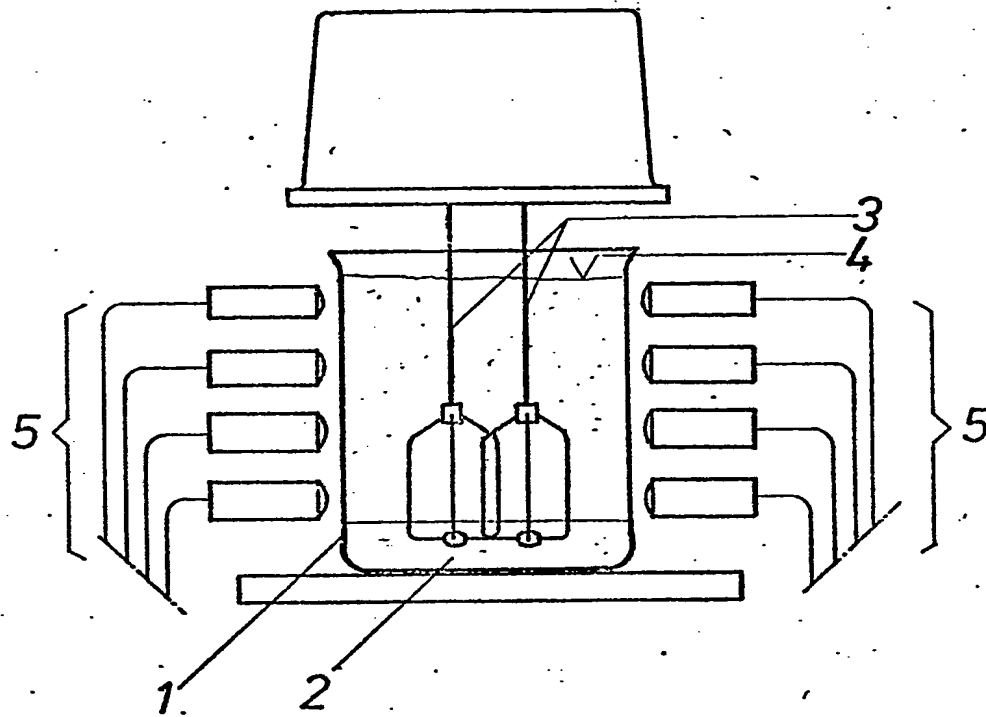


Fig. 1

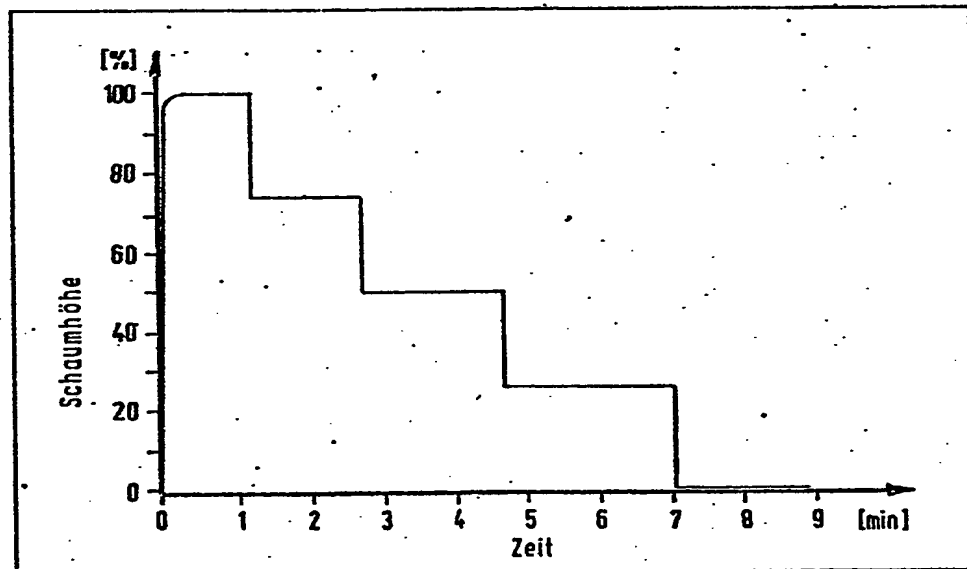


Abb. 1

709820/0893

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)